

**LUBRICANT AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM USING THE SAME**

**Patent number:** JP10095991  
**Publication date:** 1998-04-14  
**Inventor:** FURUYA TAKAHIRO; SASAMOTO SAYAKA  
**Applicant:** HITACHI MAXELL  
**Classification:**  
**- international:** C10M107/38; C10M107/44; G11B5/71; G11B5/72;  
C10M107/00; G11B5/71; G11B5/72; (IPC1-7):  
C10M107/38; C10M107/44; G11B5/71; G11B5/72;  
C10N40/18  
**- european:**  
**Application number:** JP19960254260 19960926  
**Priority number(s):** JP19960254260 19960926

**Report a data error here**

**Abstract of JP10095991**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a lubricant useful for a magnetic recording medium, capable of controlling damages such as environmental destruction and causing sliding between two solids, which are brought into contact with each other, at low friction and at low wear, containing a specific fluorine-containing polyether block, by introducing a specific group to the end of the block. **SOLUTION:** This lubricant contains a fluorine-containing polyether of the formula  $-(CH_2CF_2CF_2O)_1-((1) \text{ is } \geq 1 \text{ or the formula } -(CHFCF_2CF_2O)_m-((m) \text{ is } (1))$  and at least one ammonium base introduced to the end of polyether. Since the lubricant has a block containing H in the molecule as a repeating unit, the lubricant is soluble in a nonfluoride-based solvent such as ethyl acetate and can be added to or bonded to a magnetic layer without a fluorine solvent to bring about environmental destruction. Since the lubricant contains the ammonium base at the end, the lubricant is stably present on the surface of the magnetic layer and the surface of a protecting film and can cause sliding between two solids, which are brought into contact with each other, at low friction and at low wear.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-95991

(43) 公開日 平成10年(1998) 4月14日

(51) Int.Cl.<sup>8</sup>

識別記号

F I

C 1 0 M 107/38

C 1 0 M 107/38

107/44

107/44

G 1 1 B 5/71

G 1 1 B 5/71

5/72

5/72

// C 1 0 N 40:18

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平8-254260

(22) 出願日 平成 8 年(1996) 9 月26日

(71) 出願人 000005810

日立マクセル株式会社

大阪府茨木市丑寅 1 丁目 1 番88号

(72) 発明者 古谷 隆博

大阪府茨木市丑寅一丁目 1 番88号 日立マ  
クセル株式会社内

(72) 発明者 篠本 さやか

大阪府茨木市丑寅一丁目 1 番88号 日立マ  
クセル株式会社内

(74) 代理人 弁理士 杉浦 康昭

(54) 【発明の名称】 潤滑剤及びこの潤滑剤を用いた磁気記録媒体

(57) 【要約】

【課題】 含フッ素ポリエーテルブロック、

- (CH<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>O)<sub>l</sub>-

- (CHF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>O)<sub>m</sub>-

(但し、式中 l または m のいずれかは 1 以上であり、  
かつ、2 ≤ l + m ≤ 200 である。) を含有する潤滑剤  
であって、少なくとも一つの末端にアンモニウム塩基を  
有する潤滑剤によって、高速、低速、高負荷、低負荷に  
拘わらず接触する 2 固体間を低摩擦、低摩耗で摺動させ  
る潤滑剤を得、化 1 の一般式で表される含フッ素ポリエ  
ーテルを潤滑剤として用いて耐久性に優れる磁気記録媒  
体を得る。

【解決手段】 含フッ素ポリエーテルブロック、

- (CH<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>O)<sub>l</sub>-

- (CHF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>O)<sub>m</sub>-

(但し、式中 l または m のいずれかは 1 以上であり、  
かつ、2 ≤ l + m ≤ 200 である。) を含有する潤滑  
剤、およびこの潤滑剤を用いた磁気記録媒体。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記を含むフッ素ポリエーテルブロック、

—(CH<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>O)<sub>l</sub>—

—(CHF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>O)<sub>m</sub>—

(但し、式中 l または m のいずれかは1以上であり、かつ、2 ≤ l + m ≤ 200である。)を含有する潤滑剤であって、少なくとも一つの末端にアンモニウム塩基を有することを特徴とする潤滑剤。

【請求項2】 含フッ素ポリエーテルブロックとして、さらに下記を含むフッ素ポリエーテルブロック、

—(CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>O)<sub>n</sub>—

(但し、式中 n は1以上であり、かつ、2 ≤ l + m + n ≤ 200である。)を含有する請求項1記載の潤滑剤。

【請求項3】 非フッ素系溶剤に可溶な含フッ素ポリエーテルからなる請求項1または2記載の潤滑剤。

【請求項4】 非フッ素系溶剤がヘキサン、ヘプタン、オクタン、ノナン、デカン、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、酢酸エチル、酢酸ブチル、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、シクロヘキサノン、シクロヘキサン、ベンゼン、トルエン、キシレン、フェノール、ジエチルエーテル、ジグライム、トリグライム、テトラヒドロフラン、ジメチルスルホキシド、ジメチルホルムアミド、N-メチルピロリドンからなる群から選択される請求項1記載の潤滑剤。

【請求項5】 非磁性支持体、および該支持体の少なくとも片面に磁性層を有する磁気記録媒体において、磁性層がその内部または表面に、請求項1または2記載の潤滑剤を有することを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項6】 磁気記録媒体が強磁性金属薄膜型磁気記録媒体であり、潤滑剤の付着量が、0.5～20mg/m<sup>2</sup>である請求項5に記載の磁気記録媒体。

【請求項7】 強磁性金属薄膜上に炭素、酸化硅素、酸化ジルコニウムまたは酸化クロム保護膜を有する請求項6に記載の磁気記録媒体。

【請求項8】 磁気記録媒体が塗布型磁気記録媒体であり、磁性層中の潤滑剤の含有量が、10～100mg/m<sup>2</sup>である請求項5に記載の磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、高速、低速、高負荷、低負荷にかかわらず、接触する2固体間を低摩擦、低摩耗で摺動させる潤滑剤とこの潤滑剤を潤滑剤として用いた磁気記録媒体に関するものである。

【0002】

【従来の技術】接触する2固体間を低摩擦、低摩耗で摺動させ、機器、装置の使用期間を延ばす目的のため、固体表面の硬質化と潤滑剤の開発が行われている。得にOA機器の分野ではサイズダウンの要求が強く、摺動部位

には年々精密な機構が採用されている。精密部品が幅広い環境下で継続的あるいは断続的に摺動する将来の機器ではこれまで以上に摺動開始時、終了時あるいは摺動時の摩擦、摩耗を低下させ、モーター等の負荷を低下させる必要がある。

【0003】これまで保護潤滑系では摺動部位に硬く摩耗しにくい表面層を設け、潤滑剤としてグリースあるいはオイル状の半固体または液体潤滑剤等が用いられている。しかし、接触部位の平滑化が進んだ、精密機器においては、未だ高速、低速、高負荷、低負荷にかかわらず接触する2固体間を低摩擦低摩耗で摺動させる潤滑剤は得られておらず、起動不良や摺動時に偶発的に摩擦力が増加する問題が回避できなかった。

【0004】例えば、強磁性金属またはそれらの合金などを真空蒸着などによって非磁性支持体上に被着してつくられる強磁性金属薄膜型の磁気記録媒体においては、それは塗布型の磁気記録媒体に比べて、磁性層の高抗磁力化や薄膜化を図りやすく高密度記録特性に優れる反面、靱性のある結合剤樹脂を用いず、また強磁性金属薄膜層や保護膜層の表面平滑性がよいと、磁気ヘッドとの摩擦係数が大きくなって磨耗や損傷を受けやすく、耐久性や走行性に劣るという難点がある。

【0005】そこで、例えば、特開昭62-236118号、特開平1-308242号、特開平2-210615、特開平7-65352号などの公報において、パーフロロポリエーテル系潤滑剤、フッ化カルボン酸系潤滑剤、部分フッ化カルボン酸系潤滑剤などの各種の潤滑剤を強磁性金属薄膜層上に存在させて、耐久性および走行性を改善することが提案されている。また、磁性粉を結合剤樹脂で結合させた塗布型の磁気記録媒体においても、記録の高密度化が進み、従来の炭化水素系潤滑剤やシリコン系潤滑剤に代わる優れた潤滑剤として上記のような潤滑剤の使用が望まれている。

【0006】また、これらのフッ素系潤滑剤を磁性層中に含有させ、また磁性層表面や保護膜表面に付着させるには、この潤滑剤をフッ素系有機溶剤に溶解させて、塗布、浸漬、噴霧などの操作を行わなければならない。ところが、フッ素系有機溶剤はオゾン層の破壊などの環境破壊につながり、また、溶剤が高価なため回収の費用が必要などの問題点が多い。

【0007】

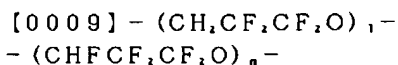
【発明が解決しようとする課題】この発明は、接触部位の平滑化が進む将来の精密機器においても、高速、低速、高負荷、低負荷に拘わらず接触する2固体間を低摩擦、低摩耗で摺動させ、かつ、環境にやさしい潤滑剤を得、またこの潤滑剤を磁気記録媒体に利用することにより、耐久性に優れた磁気記録媒体を得ることを目的としている。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記の目

3

的を達成するために鋭意検討した結果、下記の含フッ素ポリエーテルブロックを含有する潤滑剤であって、少なくとも一つの末端にアンモニウム塩基を有する潤滑剤を用いると、非フッ素系溶剤にて塗布、浸漬、噴霧などの操作が可能となつて、フッ素系溶剤の使用による環境破壊などの弊害を招くことなく、接触する2固体間を低摩擦低磨耗で摺動させることができることを見いだした。



(但し、式中  $n$  または  $m$  のいずれかは1以上であり、かつ、 $2 \leq n+m \leq 200$  である。)

この発明において用いる潤滑剤は、分子内に水素を含むブロックを繰り返し単位構造として有する含フッ素ポリエーテルからなるため、ヘキサン、ヘプタン、オクタン、ノナン、デカン、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、酢酸エチル、酢酸ブチル、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、シクロヘキサノン、シクロヘキサン、ベンゼン、トルエン、キシレン、フェノール、ジエチルエーテル、ジグライム、トリグライム、テトラヒドロフラン、ジメチルスルホキシド、ジメチルホルムアミド、 $N$ -メチルピロリドン等の非フッ素系溶剤に可溶である。そのため、トリクロロフロロエタン等のフッ素系溶剤を用いることなく、潤滑剤を磁性層中に含有あるいは磁性層表面や保護膜表面に付着させることが可能となる。

【0010】この潤滑剤における各含フッ素ポリエーテルブロックの構成単位数、 $n$ 、 $m$ はいずれかが1以上であるのが好ましく、非フッ素系溶剤に可溶であるためには、3以上あることがより好ましい。

【0011】また、フッ素特有の潤滑性を得るためには、 $n$ 、 $m$ の総和は2以上200以下が好ましく、3以上100以下がより好ましく、10以上50以下が最も好ましい。 $n$ 、 $m$ の総和が200より大きいとその効果は飽和しあまり意味を持たない。また、分子量が大きすぎると粘度が高くなり、磁気記録媒体用の潤滑剤として用いる場合に、ヘッドと媒体間で貼り付き現象を起こしやすくなるのであまり好ましくない。

【0012】また、この潤滑剤は少なくとも1つの末端にアンモニウム塩基を有している。末端にアンモニウム塩基を有することにより、磁気記録媒体に利用する場合に、磁性層表面や保護膜表面に対し潤滑剤が安定に存在することができる。その結果、高速、低速、高負荷、低負荷に拘わらず、接触する2固体間を低摩擦低磨耗で摺動させることができる。アンモニウム塩基以外にアミド基、ウレタン基、ウレア基、リン酸基等の極性基を有していてもかまわない。

【0013】また、本発明の潤滑剤は、上記の各含フッ素ポリエーテルブロック以外に、 $-(\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O})_n-$ の含フッ素ポリエーテルブロックを含有させることも可能である。この場合、各含フッ素ポリエーテル

4

ブロックの構成単位、 $l$ 、 $m$ のいずれかは1以上であり、 $n$ は1以上であつて、 $l$ 、 $m$ 、 $n$ の総和は2以上200以下が好ましく、3以上100以下がより好ましく、10以上50以下が最も好ましい。 $l$ 、 $m$ の総和が200より大きいとその効果は飽和しあまり意味を持たない。また、分子量が大きすぎると粘度が高くなり、磁気記録媒体用の潤滑剤として用いる場合に、ヘッドと媒体間で貼り付き現象を起こしやすくなるのであまり好ましくない。

【0014】本発明の潤滑剤は、例えば、特開昭60-137928号公報および特開昭60-202122号公報に記載されている方法により合成することができる。また、末端がアンモニウム塩基であるアンモニウム塩化合物は、アミノ基を有する化合物とカルボキシル基を有する化合物とを融点以上の温度で加熱攪拌することにより合成することが可能である。

【0015】この発明においては、上記の化合物を潤滑剤としてとして用いることを特徴としているが、必要により、これ以外の潤滑剤として、脂肪酸またはその金属塩、脂肪酸エステル、脂肪酸アミン、脂肪酸アミド、脂肪酸アルコール、モノサルファイド、パラフィン類、シリコン化合物、脂肪酸とフッ化物のエステル、パーフルオロポリエーテル、ポリテトラフルオロエチレンなどの他の一般潤滑剤を併用してもよい。

【0016】また、トリオレイルホスフェート等のリン系極圧剤、二硫化ベンジル等のイオウ系極圧剤、臭化アリル等のハロゲン系極圧剤、および、ジイソブチルジチオリン酸亜鉛等の有機金属系極圧剤などを併用してもよい。

【0017】この発明において、潤滑剤を磁性層および保護膜層上に設けるには、潤滑剤をアメチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、アセトン等のケトン系、酢酸エチル等のエステル系、ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン等のエーテル系、イソプロピルアルコール、オクチルアルコール等のアルコール系、その他、ジメチルスルホキシド、ジメチルホルムアミド、トルエン、ヘキサン、ヘプタン等などの汎用の有機溶媒やに溶解させ、この溶液を非磁性支持体上にあらかじめ形成された磁性層あるいは保護膜層上に、塗布または噴霧して乾燥するか、あるいは逆に上記の溶液中に磁性層あるいは保護膜層を浸漬して乾燥すればよい。

【0018】磁性層が強磁性金属薄膜からなる場合、その薄膜上に真空蒸着、スパッタリング、プラズマなどで炭素(ダイヤモンド状あるいはアモルファス状)、酸化硅素、酸化ジルコニウム、酸化クロムや有機化合物などからなる保護膜を設けてもよいし、また、それらにフッ素や硅素などを含ませた保護膜を設けてもよいし、また、強磁性金属薄膜は表面に微量の水分が付着したものであつてもよいし、また、ベンゾトリアゾール系などの防錆剤を塗布したものであつてもよい。

50

【0019】また、DLC（ダイヤモンドライカーボン）保護膜等の表面にアルゴン、酸素、フッ素、窒素およびアンモニアプラズマ処理等を施してもよい。プラズマ処理を施すことにより、保護膜表面を清浄化しつつ、プラズマ中の化学活性種を堆積させることができ、保護膜の硬度を低下させることなく潤滑剤をより安定に存在させることが可能となる。また、グロー放電処理、紫外線照射処理、熱処理などを行うことによっても、潤滑剤を安定に存在することが可能である。これらの処理は潤滑剤を付着させる前に行ってもよいし、潤滑剤を付着させた後に行ってもよいし、また、潤滑剤を付着させた後、余分な潤滑剤を洗浄した後におこなってもよい。

【0020】また、塗布型の磁気記録媒体においては、前記の塗布、噴霧、浸漬などによる付着形成以外に、汎用の有機溶剤を用いた磁性塗料中に潤滑剤と一緒に混合し、これを非磁性支持体上に塗着して、潤滑剤含有の磁性層を形成するようにしてもよい。また、このように形成した磁性層上にさらに前記の塗布、噴霧、浸漬などにて再度付着形成してもよい。また付着後、余分な潤滑剤などを溶剤により洗浄してもよい。また、磁性層の反対側面に潤滑剤を含有させておき、磁性層側に転写させてもよい。

【0021】強磁性金属薄膜上への潤滑剤の塗布量は、薄膜表面に対し $0.5 \sim 20 \text{ mg/m}^2$ の範囲とするのが好ましい。また、塗布型磁気記録媒体の場合、磁性層中の潤滑剤の含有量は、 $10 \sim 100 \text{ mg/m}^2$ の範囲とするのが好ましい。過少では、薄膜表面に潤滑剤を均一に付着させることができず、スチル耐久性を十分に向上させることができない。また、過多では、磁気ヘッドと強磁性金属薄膜とが貼り付いたりするため、好ましくない。

【0022】潤滑剤の付着量および含有量は、例えば、潤滑剤を塗布したテープを汎用溶剤に一晩浸漬し、潤滑剤を溶剤抽出した後、液体カラムクロマトグラフィあるいはガスクロマトグラフィ等により求めることができる。塗布型の磁気記録媒体の場合、磁性層表面および内部の空孔中に潤滑剤が保持されるが、潤滑特性を示すのは上記溶剤の浸漬によって抽出されてくる潤滑剤が主成分であるため、この量を塗布型の磁気記録媒体の含有量ということができる。

【0023】この発明の磁気記録媒体において、非磁性支持体としては、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート、ポリアミド、ポリカーボネート、ポリイミド、ポリ塩化ビニル、ポリオレフィンなどのプラスチックや、アルミニウム合金、チタン合金、ガラスなどが好適に使用される。また、この非磁性支持体は、テープ、シート、ディスク、カードなどのいずれの形態でもよく、表面に突起を設けたものでもよい。

【0024】強磁性金属薄膜型の磁気記録媒体では、上記の非磁性支持体の片面または両面に、Co、Ni、Fe、Co-Ni、Co-Cr、Co-P、Co-Ni-P、

Fe-Co-B、Fe-Co-Ni、Co-Ni-Fe-B、Fe-Ni、Fe-Co、Co-Pt、Co-Ni-Ptまたはこれらに酸素を加えたものなどからなる種々の強磁性材が、真空蒸着、イオンプレーティング、スパッタリング、メッキなどの方法で、薄膜形成される。このように形成される強磁性金属薄膜の膜厚は、通常 $0.03 \sim 1 \mu\text{m}$ の範囲にあるのが好ましい。

【0025】塗布型の磁気記録媒体では、上記の非磁性支持体の片面または両面に、磁性粉および結合剤樹脂を含む磁性塗料が塗着されて、厚さが通常 $0.05 \sim 10 \mu\text{m}$ 程度の磁性層が形成される。磁性塗料には、充填剤、帯電防止剤、分散剤、着色剤などの従来公知の各種の配合剤を、任意に含有させることができる。

【0026】磁性粉としては、 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 、 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ と $\text{Fe}_3\text{O}_4$ との中間酸化状態の酸化鉄、Co含有 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、Co含有 $\gamma\text{-Fe}_3\text{O}_4$ 、Cr $\text{O}_2$ 、バリウムフェライトなどの酸化物系磁性粉や、Fe、Co、Fe-Ni-Cr合金などの金属磁性粉、窒化鉄のような窒化物系磁性粉など、従来公知の各種の磁性粉が広く使用される。針状の磁性粉では、平均粒子径（長軸）が通常 $0.05 \sim 1 \mu\text{m}$ 程度、平均軸比（平均長軸比/平均短軸比）が通常 $5 \sim 10$ 程度であるのがよい。板状の磁性粉では、平均長軸径が通常 $0.07 \sim 0.3 \mu\text{m}$ 程度であるのが好ましい。

【0027】結合樹脂としては、例えば、塩化ビニル-酢酸ビニル系共重合体、繊維素系樹脂、ポリウレタン系樹脂、ポリエステル系樹脂、ポリビニルブチラート系樹脂、ポリアクリル系樹脂、エポキシ系樹脂、フェノール系樹脂、ポリイソシアネート化合物など、磁気記録媒体の結合剤として通常用いられるものが、いずれも好適に用いられる。

【0028】この発明の磁気記録媒体において、非磁性体の一面側のみに磁性層を形成したもので、その反対面側にバックコート層を設けてもよい。このバックコート層は、カーボンブラック、炭酸カルシウムなどの非磁性粉を、塩化ビニル-酢酸ビニル系共重合体、ポリウレタン系樹脂、繊維素系樹脂などの結合剤樹脂および有機溶剤と共に混合分散して、バックコート層用塗料を調製し、これを非磁性支持体の反対面側に塗布、乾燥して形成される。

【0029】本発明の潤滑剤は、上記の磁気記録媒体用の潤滑剤のほか、塗料用樹脂（防食ライニング、非接着コーティング、耐候性塗料）、繊維処理剤（撥水、撥油加工）、離型剤、耐油紙、リベリング剤、接着剤、消化剤、消泡剤、光ファイバー（鞘成分として）、光学レンズ、医用高分子材料などにも使用することかできる。

【0030】

【実施例】次に、この発明の実施例について説明する。なお、ここでは代表的なものとして磁気記録媒体に応用した例について述べるが、用途、製造方法、物質等が限

定されるものではないことは言うまでもない。

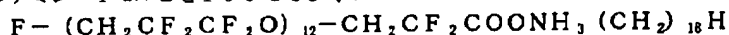
※ 間反応させ、下記の構造式化1で表わされる潤滑剤を得た。

【0031】実施例1

末端カルボキシル基の含フッ素ポリエーテル (F-(C  
H<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>O)<sub>12</sub>-CH<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>COOH: 1=12)

【0032】  
【化1】

1モルとステアリルアミン 1モルとを100℃で8時\*



【0033】実施例2

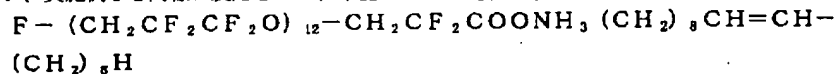
※ 構造式化2で表される潤滑剤を得た。

実施例1のステアリルアミンの代わりにオレイルアミン

【0034】

1モルを用い、実施例1と同様に反応させて、下記の※

【化2】



【0035】実施例3

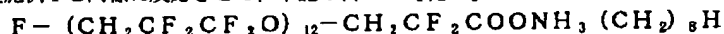
★ 構造式化3で表される潤滑剤を得た。

実施例1のステアリルアミンの代わりにオクチルアミン

【0036】

1モルを用い、実施例1と同様に反応させて、下記の★

【化3】



【0037】実施例4

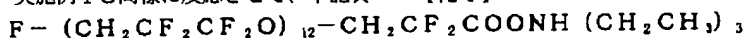
☆の構造式化4で表される潤滑剤を得た。

実施例1のステアリルアミンの代わりにトリエチルアミ

【0038】

ン 1モルを用い、実施例1と同様に反応させて、下記☆

【化4】



【0039】実施例5

◆ 潤滑剤を得た。

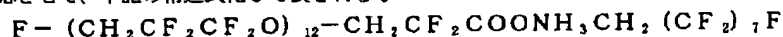
実施例1のステアリルアミンの代わりに1H、1H-ペ

【0040】

ンタデカフルオロオクチルアミン 1モルを用い、実施

【化5】

例1と同様に反応させて、下記の構造式化5で表される◆



【0041】実施例6

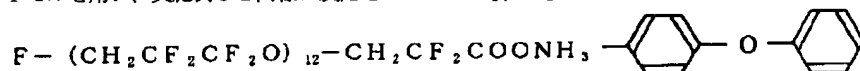
※て、下記の構造式化6で表される潤滑剤を得た。

実施例1のステアリルアミンの代わりに 4-フェノキ

【0042】

シアニリン 1モルを用い、実施例1と同様に反応させ \*

【化6】



【0043】実施例7

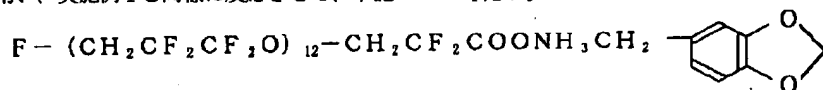
※の構造式化7で表される潤滑剤を得た。

実施例1のステアリルアミンの代わりにピペロニルアミ

【0044】

ン 1モルを用い、実施例1と同様に反応させて、下記※

【化7】



【0045】実施例8

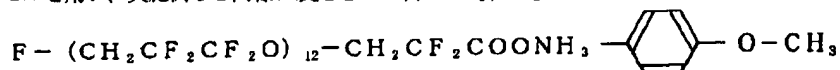
★て、下記の構造式化8で表される潤滑剤を得た。

実施例1のステアリルアミンの代わりに 4-メトキシ

【0046】

アニリン 1モルを用い、実施例1と同様に反応させ ★

【化8】



【0047】実施例9

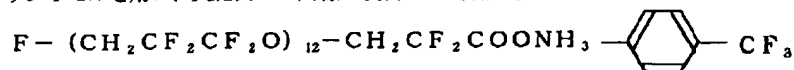
☆応させて、下記の構造式化9で表される潤滑剤を得た。

実施例1のステアリルアミンの代わりに 4-トリフル

【0048】

オロメチルアニリン 1モルを用い、実施例1と同様に反☆

【化9】



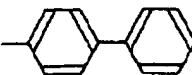
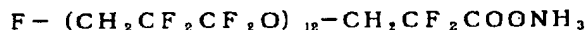
## 【0049】実施例10

実施例1のステアリルアミンの代わりにジフェニルアミン1モルを用い、実施例1と同様に反応させて、下記の\*

\*構造式化10で表される潤滑剤を得た。

【0050】

【化10】



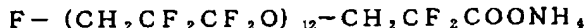
## 【0051】実施例11

実施例1のステアリルアミンの代わりにアンモニア1モルを用い、実施例1と同様に反応させて、下記の構造式\*

\*化11で表される潤滑剤を得た。

【0052】

【化11】



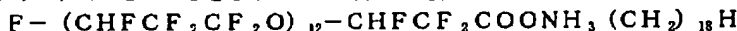
## 【0053】実施例12

末端カルボキシル基の含フッ素ポリエーテル(F-(CHFCF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>O)<sub>n</sub>-CHFCF<sub>2</sub>COOH:m=1)2)1モルとステアリルアミン1モルとを100℃で8★

★時間反応させ、下記の構造式化12で表される潤滑剤を得た。

【0054】

【化12】



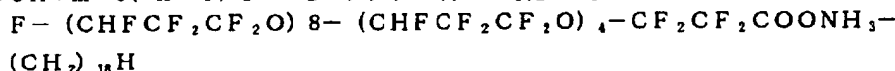
## 【0055】実施例13

末端カルボキシル基の含フッ素ポリエーテル(F-(CHFCF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>O)<sub>n</sub>-(CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>O)<sub>m</sub>-CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>COOH:m=8、n=4)1モルとステアリル★

☆アミン1モルとを100℃で8時間反応させ、下記の構造式化13で表される潤滑剤を得た。

【0056】

【化13】



## 【0057】実施例14～26

厚さ6μmのポリエチレンテレフタレートフィルム上に、Coを酸素雰囲気下で斜め蒸着して、上記フィルム上に厚さ0.15μmのCo-Oからなる強磁性金属薄膜を形成し、その後、13.56MHzのRFを用い、モノマーガスとしてエチレン、キャリアガスとして水素を用いて、プラズマ重合により上記強磁性金属薄膜上にDLC(ダイヤモンドライクカーボン)保護膜20nmを形成し、その後、8mm幅に裁断した。

【0058】次に、実施例1ないし13で製造した潤滑剤を、それぞれ、メチルエチルケトン:エタノール:n-ヘキサン:=6:3:1に0.2重量%濃度となるように溶解させ、それぞれの潤滑剤の溶液中に、上記のテープを浸漬し、乾燥した後、DLC保護膜上に下記の表1に示す実施例1ないし13で得られた潤滑剤からなる被膜を形成し、実施例14～26のビデオテープをそれぞれ作製した。

## 【0059】実施例27～39

厚さ10μmのポリエチレンテレフタレートフィルム上に、Co-Niを酸素雰囲気下で斜め蒸着して、上記フィルム上に厚さ0.15μmのCo-Ni-O[Co:Ni(重量比)=80:20]からなる強磁性金属薄膜を形成し、その後、8mm幅に裁断した。

【0060】次に、実施例1ないし13で製造した潤滑剤を、それぞれ、メチルエチルケトン:エタノール:n-ヘキサン:=6:3:1に0.2重量%濃度となるよう

に溶解させ、それぞれの潤滑剤の溶液中に、上記のテープを浸漬し、乾燥した後、強磁性金属薄膜上に下記の表1に示す実施例1ないし13で得られた潤滑剤からなる被膜を形成し、実施例27～39のビデオテープをそれぞれ作製した。

## 【0061】実施例40～52

α-Fe磁性粉(保磁力1500エルステッド、飽和磁化120emu/g)100部、塩化ビニル-酢酸ビニル-ビニルアルコール共重合体(UCC社製のVAGH)20部、多官能イソシアネート化合物5部、カーボンブラック3部、α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉3部、ミリスチン酸2部、シクロヘキサノン150部およびトルエン130部からなる配合組成物を、ボールミル中で72時間混合分散して、磁性塗料を調整した。この塗料を、厚さ15μmのポリエチレンテレフタレートフィルム上に乾燥後の厚さが5μmとなるように塗布し、乾燥して、磁性層を形成し、カレンダー処理後、8mm幅に裁断した。

【0062】次に、実施例1ないし13で製造した潤滑剤を、それぞれ、メチルエチルケトン:エタノール:n-ヘキサン:=6:3:1に0.2重量%濃度となるように溶解させ、それぞれの潤滑剤の溶液中に、上記のテープを浸漬し、乾燥した後、下記の表1に示す実施例1ないし13で得られた潤滑剤を含有させた実施例40～52のビデオテープをそれぞれ作製した。

【0063】

【表1】

	使用した潤滑剤
実施例14、27、40	実施例1で得られた潤滑剤
" 15、28、41	" 2で得られた潤滑剤
" 16、29、42	" 3で得られた潤滑剤
" 17、30、43	" 4で得られた潤滑剤
" 18、31、44	" 5で得られた潤滑剤
" 19、32、45	" 6で得られた潤滑剤
" 20、33、46	" 7で得られた潤滑剤
" 21、34、47	" 8で得られた潤滑剤
" 22、35、48	" 9で得られた潤滑剤
" 23、36、49	" 10で得られた潤滑剤
" 24、37、50	" 11で得られた潤滑剤
" 25、38、51	" 12で得られた潤滑剤
" 26、39、52	" 13で得られた潤滑剤

## 【0064】比較例1

末端カルボキシル基パーフロロポリエーテル化合物デナムSH-1（ダイキン製：平均分子量約2200）を1、1、2-トリフロロ-1、2、2-トリクロロエタンに0.2重量%濃度溶解させて、フッ化エーテル化合物溶液を調整した。

【0065】次いで、得られたフッ化エーテル化合物溶液を使用し、実施例14と同様にして、DLC保護膜上にフッ化エーテル化合物からなる被膜を形成し、ビデオテープを作製した。

## 【0066】比較例2

末端水酸基パーフロロポリエーテル化合物デナムSA-1（ダイキン製：平均分子量約2200）を1、1、2-トリフロロ-1、2、2-トリクロロエタンに0.2重量%濃度溶解させて、フッ化エーテル化合物溶液を調整した。

【0067】次いで、得られたフッ化エーテル化合物溶液を使用し、実施例14と同様にして、DLC保護膜上にフッ化エーテル化合物からなる被膜を形成し、ビデオテープを作製した。

## 【0068】比較例3

比較例1で得られたフッ化エーテル化合物溶液を使用し、実施例27と同様にして、強磁性金属薄膜上にフッ

化エーテル化合物からなる被膜を形成し、ビデオテープを作製した。

## 【0069】比較例4

比較例2で得られたフッ化エーテル化合物溶液を使用し、実施例27と同様にして、強磁性金属薄膜上にフッ化エーテル化合物からなる被膜を形成し、ビデオテープを作製した。

## 【0070】比較例5

比較例1で得られたフッ化エーテル化合物溶液を使用し、実施例40と同様にしてフッ化エーテル化合物を含有するビデオテープを作製した。

## 【0071】比較例6

比較例2で得られたフッ化エーテル化合物溶液を使用し、実施例40と同様にしてフッ化エーテル化合物を含有するビデオテープを作製した。

【0072】各実施例および比較例で用いた潤滑剤の汎用溶剤に対する下記の方法で溶解性を調べた。これらの結果を表2に示す。また、各実施例および比較例で作製したビデオテープについて、下記の方法でスチル耐久性および摩擦係数を調べた。これらの結果を表3に示す。

【0073】＜溶解性＞汎用溶剤としてメチルエチルケトン：エタノール：n-ヘキサン：=6：3：1を使用し、各潤滑剤をこの溶剤に少量ずつ加えてよく攪拌し



た。0.05重量%以上溶解するものを○、それ以下のものを×、として評価した。

【0077】

【表3】

【0074】<スチル耐久性>20度、50%RHの条件下で、各ビデオテープを直径4cmの8mm用シリンダに220度の巻き付け角でセットし、テープ/磁気ヘッド間相対速度11.3m/s、テープ張力12.5gf/cmの条件で波長1.6μmの正弦波を記録し、スチルモードで再生出力およびスチル時のシリンダ負荷を測定した。スチル寿命は再生出力が初期値から6dB低下するまでの時間とした。

10

【0075】<摩擦係数>20度、50%RHの条件下で、摺動速度1m/min、摺動距離5cm、テープ張力20gの条件下で、対ステンレスピンに往復摺動試験を20往復行い、20往復目の摩擦係数を求めた。

【0076】

【表2】

	溶解性
実施例 1	○
" 2	○
" 3	○
" 4	○
" 5	○
" 6	○
" 7	○
" 8	○
" 9	○
" 10	○
" 11	○
" 12	○
" 13	○
比較例 1	×
" 2	×

20

30

40

15

16

	対#耐久性 (分)	摩擦 係数		対#耐久性 (分)	摩擦 係数		対#耐久性 (分)	摩擦 係数
実施例 14	>180	0.22	実施例 27	>120	0.22	実施例 40	>240	0.22
実施例 15	>200	0.22	実施例 28	>140	0.24	実施例 41	>240	0.20
実施例 16	>180	0.25	実施例 29	>120	0.25	実施例 42	>220	0.24
実施例 17	>180	0.28	実施例 30	>120	0.28	実施例 43	>220	0.25
実施例 18	>180	0.25	実施例 31	>120	0.26	実施例 44	>220	0.24
実施例 19	>180	0.23	実施例 32	>120	0.23	実施例 45	>220	0.24
実施例 20	>200	0.23	実施例 33	>120	0.26	実施例 46	>220	0.23
実施例 21	>200	0.23	実施例 34	>140	0.23	実施例 47	>220	0.22
実施例 22	>180	0.23	実施例 35	>120	0.23	実施例 48	>220	0.24
実施例 23	>180	0.22	実施例 36	>140	0.22	実施例 49	>240	0.23
実施例 24	>180	0.24	実施例 37	>120	0.25	実施例 50	>220	0.25
実施例 25	>180	0.23	実施例 38	>140	0.24	実施例 51	>240	0.22
実施例 26	>180	0.23	実施例 39	>140	0.23	実施例 52	>240	0.21
比較例 1	120	0.27	比較例 3	80	0.28	比較例 5	120	0.25
比較例 2	>180	0.26	比較例 4	>120	0.27	比較例 6	>220	0.26

【0078】上記の表2の結果から明らかなように、この発明の潤滑剤は非フッ素系溶剤に可溶であり、また表3の結果から明らかなように、この発明の実施例で使用した潤滑剤はビデオテープに用いたときのスチル時間、摩擦係数が従来のフッ素系潤滑剤に対し、同等ないしそれ以上であり、この発明により得られるビデオテープは、優れた潤滑性を示すことが分かる。

【0079】

【発明の効果】以上の結果から明らかなように、この発明により得られるビデオテープは優れた潤滑性を示しており、このことからこの発明の潤滑剤は、潤滑性が良好で、高速、低速、高負荷、低負荷に拘らず接触する2固体間を低摩擦、低摩擦で摺動させ、かつ環境にやさしい潤滑剤を得ることができ、この発明で得られた潤滑剤を用いると、耐久性に優れた磁気記録媒体が得られることが分かる。

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-095991

(43)Date of publication of application : 14.04.1998

(51)Int.Cl. C10M107/38  
C10M107/44  
G11B 5/71  
G11B 5/72  
// C10N 40:18

(21)Application number : 08-254260

(71)Applicant : HITACHI MAXELL LTD

(22)Date of filing : 26.09.1996

(72)Inventor : FURUYA TAKAHIRO  
SASAMOTO SAYAKA

## (54) LUBRICANT AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM USING THE SAME

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a lubricant useful for a magnetic recording medium, capable of controlling damages such as environmental destruction and causing sliding between two solids, which are brought into contact with each other, at low friction and at low wear, containing a specific fluorine-containing polyether block, by introducing a specific group to the end of the block.

SOLUTION: This lubricant contains a fluorine-containing polyether of the formula -  
(CH<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>O)<sub>1</sub>- ((1) is ≥1 or the formula -(CHFCF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>O)<sub>m</sub>- ((m) is (I)) and at least one ammonium base introduced to the end of polyether. Since the lubricant has a block containing H in the molecule as a repeating unit, the lubricant is soluble in a nonfluoride-based solvent such as ethyl acetate and can be added to or bonded to a magnetic layer without a fluorine solvent to bring about environmental destruction. Since the lubricant contains the ammonium base at the end, the lubricant is stably present on the surface of the magnetic layer and the surface of a protecting film and can cause sliding between two solids, which are brought into contact with each other, at low friction and at low wear.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] The following fluorine-containing polyether block,  $-(CH_2CF_2CF_2O)_l-$   $-(CHFCF_2CF_2O)_m-$  Lubricant which is the lubricant containing  $m-$  (however, inside of a formula [ Either  $l$  or  $m$  is one or more, and it is  $2 \leq l+m \leq 200$ . ]), and is characterized by having an ammonium salt radical at at least one end.

[Claim 2] Lubricant according to claim 1 which contains the further following fluorine-containing polyether block and  $-(CF_2CF_2CF_2O)_n-$  (however, in formula  $n$  is one or more, and is  $2 \leq l+m+n \leq 200$ .) as a fluorine-containing polyether block.

[Claim 3] Lubricant according to claim 1 or 2 which turns into a non-fluorine system solvent from meltable fluorine-containing polyether.

[Claim 4] Lubricant according to claim 1 chosen from the group which a non-fluorine system solvent becomes from a hexane, a heptane, an octane, a nonane, Deccan, an acetone, a methyl ethyl ketone, methyl isobutyl ketone, ethyl acetate, butyl acetate, a methanol, ethanol, propanol, a butanol, a cyclohexanone, a cyclohexane, benzene, toluene, a xylene, a phenol, diethylether, a jig lime, a TORIGU lime, a tetrahydrofuran, dimethylsulfoxide, dimethylformamide, and N-methyl pyrrolidone.

[Claim 5] The magnetic-recording medium by which a magnetic layer is characterized by having lubricant according to claim 1 or 2 on the interior or front face in a nonmagnetic base material and the magnetic-recording medium which has a magnetic layer at least on one side of this base material.

[Claim 6] The magnetic-recording medium according to claim 5 whose magnetic-recording medium is a ferromagnetic metal thin magnetic-recording medium and whose coating weight of lubricant is  $0.5 - 20 \text{ mg/m}^2$ .

[Claim 7] The magnetic-recording medium according to claim 6 which has carbon, oxidation silicon, a zirconium dioxide, or a chrome oxide protective coat on a ferromagnetic metal thin film.

[Claim 8] The magnetic-recording medium according to claim 5 whose magnetic-recording medium is a spreading mold magnetic-recording medium and whose content of the lubricant in a magnetic layer is  $10 - 100 \text{ mg/m}^2$ .

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPJ are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## DETAILED DESCRIPTION

## [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the magnetic-recording medium using the lubricant slid on between 2 solid-states which contact by low friction and low wear, and this lubricant as lubricant irrespective of a high speed, a low speed, a heavy load, and a low load. [0002]

[Description of the Prior Art] Between 2 solid-states which contact is slid by low friction and low wear, and hard-izing on the front face of a solid-state and development of lubricant are performed for the purpose which extends the duration of service of a device and equipment. In the field of OA equipment, the demand of a size down is strong to profit, and the precise device is adopted as it by the sliding part every year. It is necessary to reduce friction at the time of termination or sliding, and wear, and to reduce [by the future device which slides continuously / precision components / under a broad environment, or intermittently] loads, such as a motor, at the time of sliding initiation, more than the former.

[0003] By the protection lubrication system, the surface layer which cannot be firmly worn out easily is prepared in a sliding part, and a semisolid or a fluid lubrication agent of the shape of grease or oil etc. is used as lubricant until now. However, the lubricant to which smoothing of a contact part progressed and which is slid on between 2 solid-states which still contact irrespective of a high speed, a low speed, a heavy load, and a low load in a precision mechanical equipment by low friction low wear was not able to avoid the problem on which frictional force increases rapidly accidentally at the time of \*\*\*\*\*, poor starting, and sliding.

[0004] For example, ferromagnetic metals or those alloys are set to the magnetic-recording medium of the ferromagnetic metal thin film mold put and built on a nonmagnetic base material by vacuum deposition etc. While it is [that it is easy to attain a raise in coercive force and thin-film-izing of a magnetic layer] excellent in a high density recording characteristic compared with the magnetic-recording medium of a spreading mold, it does not use tough binder resin. Moreover, since the surface smooth nature of a ferromagnetic metal thin film layer or a protective coat layer is good, Coefficient of friction with the magnetic head becomes large, it is easy to receive wear and damage, and there is a difficulty of being inferior to endurance or performance traverse.

[0005] Making various kinds of lubricant, such as perfluoro polyether system lubricant, fluoride carboxylic-acid system lubricant, and partial fluoride carboxylic-acid system lubricant, exist on a ferromagnetic metal thin film layer, and improving endurance and performance traverse there in official reports, such as JP.52-236118A, JP.1-308242A, JP.2-210815A, and JP.7-65352A, is proposed. Moreover, also in the magnetic-recording medium of the spreading mold which combined magnetic powder by joint resin, the densification of record progresses and use of the above lubricant is desired as outstanding lubricant which replaces conventional hydrocarbon system lubricant and silicon system lubricant.

[0006] Moreover, in order to make these fluorine system lubricant contain in a magnetic layer and to make it adhere to a magnetic layer front face or a protective coat front face, this lubricant must be dissolved in a fluorine system organic solvent, and spreading, dipping, spraying,

[http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran\\_web.cgi.eije](http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi.eije)

2006/01/30

not so desirable.

[0014] The lubricant of this invention is compoundable by the approach indicated by JP.60-137928A and JP.60-202122A. Moreover, the ammonium salt compound whose end is an ammonium salt radical can be compounded by carrying out heating churning of the compound which has an amino group, and the compound which has a carboxyl group at the temperature more than the melting point.

[0015] this invention — setting — the above-mentioned compound — lubricant — carrying out — \*\* — although characterized by using by carrying out, other common lubricant, such as ester of a fatty acid or its metal salt, aliphatic series ester, fatty amine, an aliphatic series amide, fatty alcohol, monosulfide, paraffin, a silicon compound, and an aliphatic series and a fluoride, a perfluoro polyether, and polytetrafluoroethylene, may be used together as lubricant other than this as occasion demands.

[0016] Moreover, organic metal system extreme pressure agents, such as halogen system extreme pressure agents, such as sulfur system extreme pressure agents, such as the Lynn system extreme pressure agents, such as trio rail phosphate, and a benzyl disulfide, and an allyl bromide, and diisobutyl dithiophosphate zinc, etc. may be used together.

[0017] In this invention, in order to prepare lubricant on a magnetic layer and a protective coat layer Lubricant Ketone systems, such as an AMECHIRU ethyl ketone, methyl isobutyl ketone, and an acetone, Ether systems, such as ester systems, such as ethyl acetate, diethylether, and a tetrahydrofuran, Alcoholic systems, such as isopropyl alcohol and octyl alcohol, others, Dimethyl sulfoxide, dimethylformamide, toluene, a hexane. What is necessary is to apply, or spray and dry on the magnetic layer which was made to carry out the organic solvent resin dissolution, and was beforehand formed on the nonmagnetic base material in this solution or a protective coat layer with general-purpose heptane \*\* etc., or to dip a magnetic layer or a protective coat layer into the above-mentioned solution conversely, and just to dry.

[0018] When a magnetic layer consists of a ferromagnetic metal thin film, on the thin film Vacuum deposition, sputtering, With the plasma etc., carbon (the shape of the shape of a diamond, and amorphous), oxidation silicon, May prepare the protective coat which consists of a zirconium dioxide, chrome oxide, an organic compound, etc., and Moreover, the protective coat which included a fluorine, silicon, etc. in them may be prepared, and the moisture of a minute amount may adhere to a front face, and a ferromagnetic metal thin film may apply rust-preoofers, such as a benzotriazol system.

[0019] Moreover, an argon, oxygen, a fluorine, nitrogen, ammonia plasma treatment, etc. may be performed to front faces, such as a DLC (diamond LAIKUKA-Bonn) protective coat. Defeating a protective coat front face by performing plasma treatment, the chemistry active species in the plasma can be made to deposit, and it becomes possible to make lubricant exist in stability more, without reducing the degree of hardness of a protective coat. Moreover, it is possible also by performing glow discharge processing, UV irradiation processing, heat treatment, etc. to exist lubricant in stability. After having carried out before making lubricant adhere, carrying out after making lubricant adhere, and making lubricant adhere, and these processings wash excessive lubricant, they may be performed.

[0020] Moreover, lubricant is mixed together, this is applied on a nonmagnetic base material and you may make it form the magnetic layer of lubricant content into the magnetic coating using a general-purpose organic solvent in the magnetic-recording medium of a spreading mold in addition to the adhesion formation by the aforementioned spreading, spraying, dipping, etc. Moreover, adhesion formation may be again carried out by the further aforementioned spreading, spraying, dipping, etc. on the magnetic layer formed in this way. Moreover, a solvent may wash excessive lubricant etc. after adhesion. Moreover, the opposite side of a magnetic layer may be made to contain lubricant, and you may make it imprint to a magnetic layer side.

[0021] As for the coverage of the lubricant to a ferromagnetic metal thin film top, it is desirable to consider as the range of 0.5-20mg/m<sup>2</sup> to a thin film front face. Moreover, as for the content of the lubricant in a magnetic layer, in the case of a spreading mold magnetic-recording medium, it is desirable to consider as the range of 10 - 100 mg/m<sup>2</sup>. If too little, it is hard to make lubricant adhere to a thin film front face at homogeneity, and still endurance cannot fully be

[http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran\\_web.cgi.eije](http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi.eije)

2006/01/30

etc. must be operated. However, a fluorine system organic solvent leads to environmental destruction of destruction of an ozone layer etc., and since the solvent is expensive, as for troubles, such as need, there are many costs of recovery.

[0007]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] This invention aims at obtaining the magnetic-recording medium excellent in endurance also in the future precision mechanical equipment to which smoothing of a contact part progresses by sliding between 2 solid-states which contact irrespective of a high speed, a low speed, a heavy load, and a low load by low friction and low wear, obtaining environment-friendly lubricant, and using this lubricant for a magnetic-recording medium.

[0008]

[Means for Solving the Problem] If it is the lubricant containing the following fluorine-containing polyether block and the lubricant which has an ammonium salt radical at least one end is used as a result of inquiring wholeheartedly, in order that this invention persons may attain the above-mentioned purpose It found out that between 2 solid-states which contact could be slid by low friction low wear, without having attained actuation of spreading, dipping, spraying, etc. with the non-fluorine system solvent, and causing evils, such as environmental destruction by use of a fluorine system solvent.

[0009] - CH<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>OI — (CHFCF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>O) m — (However, inside of a formula [ Either l or m is one or more, and it is 2 <= m <= 200. ])

Since the lubricant used in this invention consists of fluorine-containing polyether which repeats the block which contains hydrogen in intramolecular and it has as unit structure, A hexane, a heptane, an octane, a nonane, Decane, an acetone, a methyl ethyl ketone, Methyl isobutyl ketone, ethyl acetate, butyl acetate, a methanol, ethanol, Propanol, a butanol, a cyclohexanone, a cyclohexane, benzene, It is meltable to non-fluorine system solvents, such as toluene, a xylene, a phenol, diethylether, a jig lime, a TORIGU lime, a tetrahydrofuran, dimethylsulfoxide, dimethylformamide, and N-methyl pyrrolidone. Therefore, it becomes possible to make lubricant adhere to content or a magnetic layer front face, or a protective coat front face into a magnetic layer, without using fluorine system solvents, such as TORIKUROFUROR ethane.

[0010] As for the configuration number of unit of each fluorine-containing polyether block in this lubricant, and l and m, it is desirable that either is one or more, and in order to be meltable to a non-fluorine system solvent, a certain thing is [ three or more ] more desirable [ m ].

[0011] Moreover, in order to obtain lubricity peculiar to a fluorine, as for total of l and m, 200 or less [ 2 or more ] are desirable, 100 or less [ 3 or more ] are more desirable, and 50 or less [ 10 or more ] are the most desirable. If total of l and m is larger than 200, the effectiveness is saturated and seldom has semantics. Moreover, since it will stick between a head and a medium and will lifting-come to be easy of a phenomenon when viscosity becomes high and it uses as lubricant for magnetic-recording media if molecular weight is too large, it is not so desirable.

[0012] Moreover, this lubricant has the ammonium salt radical at least one end. When using for a magnetic-recording medium by having an ammonium salt radical at the end, lubricant can exist in stability to a magnetic layer front face or a protective coat front face. Consequently, between 2 solid-states which contact can be slid by low friction low wear irrespective of a high speed, a low speed, a heavy load, and a low load. You may have polar groups, such as an amide group, a urethane group, an urea radical, and a phosphoric-acid radical, in addition to the ammonium salt radical.

[0013] Moreover, as for the lubricant of this invention, it is possible to also make the fluorine-containing polyether block of -(CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>O) n- contain in addition to each above-mentioned fluorine-containing polyether block. In this case, n is one or more, the configuration unit of each fluorine-containing polyether block and l or m is one or more, and 50 or less [ 10 or more ] are [ as for total of l, m, and n, 200 or less / 2 or more / are desirable, 100 or less / 3 or more / are more desirable, and ] the most desirable [ total ]. If total of l and m is larger than 200, the effectiveness is saturated and seldom has semantics. Moreover, since it will stick between a head and a medium and will lifting-come to be easy of a phenomenon when viscosity becomes high and it uses as lubricant for magnetic-recording media if molecular weight is too large, it is

[http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran\\_web.cgi.eije](http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi.eije)

2006/01/30

raised. Moreover, if excessive, since the magnetic head and a ferromagnetic metal thin film stick, it is not desirable.

[0022] After the coating weight and the content of lubricant are immersed in a general-purpose solvent overnight in the tape which applied lubricant and carry out solvent extraction of the lubricant, they can be calculated by liquid column chromatography or the gas chromatography. In the case of the magnetic-recording medium of a spreading mold, lubricant is held all over a magnetic layer front face and an internal hole, but since the lubricant extracted by immersion of the above-mentioned solvent is a principal component, that lubricating properties are shown can call this amount the content of the magnetic-recording medium of a spreading mold.

[0023] In the magnetic-recording medium of this invention, plastics, such as polyethylene terephthalate, polyethylenenaphthalate, a polyamide, a polycarbonate, polyimide, a polyvinyl chloride, and polyolefine, an aluminum alloy, a titanium alloy, glass, etc. are suitably used as a nonmagnetic base material. Moreover, they gestalten, such as a tape, a sheet, a disk, and a card, are sufficient as this nonmagnetic base material, and what prepared the projection in the front face is sufficient as it.

[0024] By the magnetic-recording medium of a ferromagnetic metal thin film mold, thin film formation of the various ferromagnetic material which consists of what added oxygen to above-mentioned one side or above-mentioned both sides of a nonmagnetic base material at Co, nickel, Fe, Co-nickel, Co-Cr, Co-P, Co-nickel-P, Fe-Co-B, Fe-Co-nickel, Co-nickel-Fe-B, Fe-nickel, Fe-Co, Co-Pt, Co-nickel-Pt, or these is carried out by approaches, such as vacuum deposition, ion plating, sputtering, and plating. Thus, as for the thickness of the ferromagnetic metal thin film formed, it is desirable that it is usually in the range of 0.03-1 micrometer.

[0025] By the magnetic-recording medium of a spreading mold, the magnetic coating containing magnetic powder and binder resin is applied by above-mentioned one side or above-mentioned both sides of a nonmagnetic base material, and the magnetic layer whose thickness is usually about 0.05-10 micrometers is formed in them. A magnetic coating can be made to contain various kinds of conventionally well-known compounding agents, such as a bulking agent, an antistatic agent, a dispersant, and a coloring agent, in arbitration.

[0026] As magnetic powder, various kinds of conventionally well-known magnetic powder, such as metal magnetism powder, such as oxide system magnetism powder, such as ferrous oxide of the middle oxidation condition of gamma-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, and gamma-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, Co content gamma-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Co content gamma-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, and a barium ferrite, and Fe, Co, a Fe-nickel-Cr alloy, and nitride system magnetism powder like nitriding iron, is used widely. In needless magnetic complications, it is good that mean particle diameter (major axis) is about 0.05-1 micrometer, and an average axial ratio (an average major-axis ratio / average minor-axis ratio) is usually five to about ten. In tabular magnetic complications, it is desirable that the diameter of an average major axis is usually about 0.07-0.3 micrometers.

[0027] As joint resin, a vinyl chloride-vinyl acetate system copolymer, fibrin system resin, polyurethane system resin, polyester system resin, polyvinyl butyrate system resin, Pori acrylic resin, epoxy system resin, phenol system resin, the polyisocyanate compound, etc. are usually used as a binder of a magnetic-recording medium, and each \*\*\* thing is used suitably, for example.

[0028] In the magnetic-recording medium of this invention, a back coat layer may be prepared in that opposite side side by what formed the magnetic layer only in the whole surface side of non-magnetic material. This back coat layer carries out mixed distribution of the nonmagnetic powder, such as carbon black and a calcium carbonate, with binder resin and organic solvents, such as a vinyl chloride-vinyl acetate system copolymer, polyurethane system resin, and fibrin system resin, prepares the coating for back coat layers, it applies this to the opposite side side of a nonmagnetic base material, dries, and is formed.

[0029] The lubricant of this invention is made [ using it for paint resin (a corrosion resistant lining, non-pasting up coating, weatherproof coating) besides the lubricant for the above-mentioned magnetic-recording media, a fiber processing agent (water-repellent \*\* oil-repellent finish), a release agent, oilproof paper, a RIBERINGU agent, adhesives, a digestive, a defoaming agent, an optical fiber an optical lens, a medical polymer ingredient, etc. (as a sheath

[http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran\\_web.cgi.eije](http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi.eije)

2006/01/30

component), or ].

[0030]

[Example] Next, the example of this invention is explained. In addition, although the example applied to the magnetic-recording medium as a typical thing here is described, it cannot be overemphasized that it is not that to which an application, the manufacture approach, the matter, etc. are limited.

[0031] One mol (F-(CH<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>O)-CH<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>COOH<sub>m</sub>=12) of fluorine-containing polyether, stearyl amine of an example 1 and carboxyl group. The lubricant which one mol is made to react at 100 degrees C for 8 hours, and is expressed with the following structure-expression-ization 1 was obtained.

[0032]

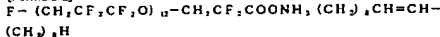
[Formula 1]



[0033] It is an oleyl amine instead of the stearyl amine of example 2 example 1. Using one mol, it was made to react like an example 1 and the lubricant expressed with the following structure-expression-ization 2 was obtained.

[0034]

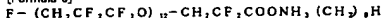
[Formula 2]



[0035] It is an octyl amine instead of the stearyl amine of example 3 example 1. Using one mol, it was made to react like an example 1 and the lubricant expressed with the following structure-expression-ization 3 was obtained.

[0036]

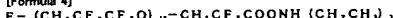
[Formula 3]



[0037] It is triethylamine instead of the stearyl amine of example 4 example 1. Using one mol, it was made to react like an example 1 and the lubricant expressed with the following structure-expression-ization 4 was obtained.

[0038]

[Formula 4]



[0039] It is a 1H and 1H-PENTADECYL fluoro octyl amine instead of the stearyl amine of example 5 example 1. Using one mol, it was made to react like an example 1 and the lubricant expressed with the following structure-expression-ization 5 was obtained.

[0040]

[Formula 5]



[0041] Instead of [ of the stearyl amine of example 6 example 1 ] 4-phenoxy aniline Using one mol, it was made to react like an example 1 and the lubricant expressed with the following structure-expression-ization 6 was obtained.

[0042]

[Formula 6]



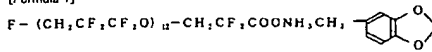
[0043] It is piperonyl amine instead of the stearyl amine of example 7 example 1. Using one mol, it was made to react like an example 1 and the lubricant expressed with the following structure-expression-ization 7 was obtained.

[http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran\\_web.cgi.ejje](http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi.ejje)

2006/01/30

[0044]

[Formula 7]



[0045] Instead of [ of the stearyl amine of example 8 example 1 ] 4-methoxyaniline Using one mol, it was made to react like an example 1 and the lubricant expressed with the following structure-expression-ization 8 was obtained.

[0046]

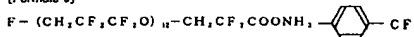
[Formula 8]



[0047] Instead of [ of the stearyl amine of example 9 example 1 ] Using one mol of 4-trifluoromethyl aniline, it was made to react like an example 1 and the lubricant expressed with the following structure-expression-ization 9 was obtained.

[0048]

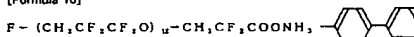
[Formula 9]



[0049] Used one mol of diphenylamines instead of the stearyl amine of example 10 example 1, it was made to react like an example 1, and the lubricant expressed with the following structure-expression-ization 10 was obtained.

[0050]

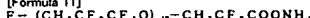
[Formula 10]



[0051] Used one mol of ammonia instead of the stearyl amine of example 11 example 1, it was made to react like an example 1, and the lubricant expressed with the following structure-expression-ization 11 was obtained.

[0052]

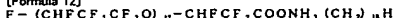
[Formula 11]



[0053] The lubricant which one mol (F-(CHFCF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>O)-CHFCF<sub>2</sub>COOH<sub>m</sub>=12) of fluorine-containing polyether and one mol of stearyl amines of an example 12 end carboxyl group are made to react at 100 degrees C for 8 hours, and is expressed with the following structure-expression-ization 12 was obtained.

[0054]

[Formula 12]



[0055] The lubricant which one mol (F-(CHFCF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>O)-CHFCF<sub>2</sub>COOH<sub>m</sub>=12) of fluorine-containing polyether and one mol of stearyl amines of an example 13 end carboxyl group are made to react at 100 degrees C for 8 hours, and is expressed with the following structure-expression-ization 13 was obtained.

[0056]

[Formula 13]



[http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran\\_web.cgi.ejje](http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi.ejje)

2006/01/30

[0057] On a polyethylene terephthalate film with an example [ 14 ] - a 26 thickness of 6 micrometers, the slanting vacuum evaporation of the Co is carried out under an oxygen ambient atmosphere. The ferromagnetic metal thin film which consists of Co-O with a thickness of 0.15 micrometers is formed on the above-mentioned film. Then, using 13.56MHz RF, ethylene was used as monomer gas, hydrogen was used as carrier gas, 20nm of DLC (diamond RAIKUKA-Born) protective coats was formed on the above-mentioned ferromagnetic metal thin film by the plasma polymerization method, and it judged to 8mm width of face after that.

[0058] Next, the lubricant manufactured by the example 1 thru/or 13 was dissolved, respectively so that it might become concentration 0.2% of the weight methyl-ethyl-ketone:ethanol:hexane=6:3:1, the above-mentioned tape was dipped into the solution of each lubricant, the coat which consists of lubricant obtained by the example 1 shown in the following table 1 thru/or 13 was formed on [ after drying ] the DLC protective coat, and the video tape of examples 14-26 was produced, respectively.

[0059] On the polyethylene terephthalate film with an example [ 27 ] - a 39 thickness of 10 micrometers, the slanting vacuum evaporation of Co-nickel was carried out under the oxygen ambient atmosphere, the ferromagnetic metal thin film which consists of Co-nickel-O [Conickel (weight ratio)=80:20] with a thickness of 0.15 micrometers on the above-mentioned film was formed, and it judged to 8mm width of face after that.

[0060] Next, the lubricant manufactured by the example 1 thru/or 13 was dissolved, respectively so that it might become concentration 0.2% of the weight methyl-ethyl-ketone:ethanol:hexane=6:3:1, the above-mentioned tape was dipped into the solution of each lubricant, after drying, the coat which consists of lubricant obtained by the example 1 shown in the following table 1 thru/or 13 was formed on the ferromagnetic metal thin film, and the video tape of examples 27-39 was produced, respectively.

[0061] Mixed distribution of the combination constituent which consists of the example 40 - 52 alpha-Fe magnetism complications (1500 oersted coercive force, saturation magnetization 120 emu/g) 100 section, the vinyl chloride-vinyl acetate-vinyl alcohol copolymer (VAGH made from UCC) 20 section, the polyfunctional isocyanate compound 5 section, the carbon black 3 section, the alpha-aluminum 203 powder 3 section, the myristic-acid 2 section, the cyclohexanone 150 section, and the toluene 130 section was carried out in the ball mill for 72 hours, and the magnetic coating was adjusted. This coating was applied so that the thickness after drying on a polyethylene terephthalate film with a thickness of 15 micrometers might be set to 5 micrometers, and it was dried, the magnetic layer was formed, and it judged to 8mm width of face after calendar processing.

[0062] Next, the lubricant manufactured by the example 1 thru/or 13 was dissolved, respectively so that it might become concentration 0.2% of the weight methyl-ethyl-ketone:ethanol:hexane=6:3:1, the above-mentioned tape was dipped into the solution of each lubricant, and after drying, the video tape of the examples 40-52 which made the lubricant obtained by the example 1 shown in the following table 1 thru/or 13 contain was produced, respectively.

[0063]

[Table 1]

使用した潤滑剤	
実施例 14, 27, 40	実施例 1 で得られた潤滑剤
15, 28, 41	2 で得られた潤滑剤
16, 29, 42	3 で得られた潤滑剤
17, 30, 43	4 で得られた潤滑剤
18, 31, 44	5 で得られた潤滑剤
19, 32, 45	6 で得られた潤滑剤
20, 33, 46	7 で得られた潤滑剤
21, 34, 47	8 で得られた潤滑剤
22, 35, 48	9 で得られた潤滑剤
23, 36, 49	10 で得られた潤滑剤
24, 37, 50	11 で得られた潤滑剤
25, 38, 51	12 で得られた潤滑剤
26, 39, 52	13 で得られた潤滑剤

[0064] It is 1, 1, and 2-TORIFURORO about example of comparison 1 end carboxyl group perfluoro polyether compound Demnum SH-1 (Daikin : average molecular weight 2200 [ about ] ). - 1, 2, and 2-trichloroethane was made to carry out the concentration dissolution 0.2% of the weight, and the fluoride ether compound solution was adjusted to it.

[0065] Subsequently, the obtained fluoride ether compound solution was used, the coat which consists of a fluoride ether compound was formed on the DLC protective coat like the example 14, and the video tape was produced.

[0066] It is 1, 1, and 2-TORIFURORO about example of comparison 2 and hydroxyl-group perfluoro polyether compound Demnum SA-1 (Daikin : average molecular weight 2200 [ about ] ). - 1, 2, and 2-trichloroethane was made to carry out the concentration dissolution 0.2% of the weight, and the fluoride ether compound solution was adjusted to it.

[0067] Subsequently, the obtained fluoride ether compound solution was used, the coat which consists of a fluoride ether compound was formed on the DLC protective coat like the example 14, and the video tape was produced.

[0068] The fluoride ether compound solution obtained in the example 1 of example of comparison 3 comparison was used, the coat which consists of a fluoride ether compound was formed on the ferromagnetic metal thin film like the example 27, and the video tape was produced.

[0069] The fluoride ether compound solution obtained in the example 2 of example of comparison 4 comparison was used, the coat which consists of a fluoride ether compound was formed on the ferromagnetic metal thin film like the example 27, and the video tape was produced.

[0070] The fluoride ether compound solution obtained in the example 1 of example of comparison 5 comparison was used, and the video tape which contains a fluoride ether compound like an example 40 was produced.

[0071] The fluoride ether compound solution obtained in the example 2 of example of comparison

6 comparison was used, and the video tape which contains a fluoride ether compound like an example 40 was produced.

[0072] Solubility was investigated by the following approach for the general-purpose solvent of the lubricant used in each example and the example of a comparison. These results are shown in Table 2. Moreover, still endurance and coefficient of friction were investigated by the following approach about the video tape produced in each example and the example of a comparison. These results are shown in Table 3.

[0073] as a <soluble> general-purpose solvent — methyl-ethyl-ketone: — ethanol: — n-hexane: — =3:3:1 were used, and each lubricant could be added to this solvent small quantity every, and was stirred. O and the following [ it ] were made into x and what is dissolved 0.05% of the weight or more was evaluated.

[0074] (Still endurance) It is a diameter about each video tape under the conditions of 20 degrees and 50%RH. It set to each 4 cm cylinder for 8mm by the contact angle of 220 degrees, the sine wave with a wavelength of 1.6 micrometers was recorded on condition that a tape / relative-velocity 11.3 m/s between the magnetic heads, and tape tension 12.5 gf/cm, and the playback output and the cylinder load at the time of a still were measured in still mode. The still life was made into time amount until a playback output declines by 8dB from initial value.

[0075] <Coefficient of friction> The pin for stainless steel was asked for coefficient of friction of 20 round-trip dead and 20 round-trip eye for the both-way sliding trial under the conditions of 20 degrees and 50%RH under conditions with sliding rate 1 m/min, a sliding distance [ of 5cm ], and a tape tension of 20g.

[0076]

[Table 2]

	腐腐性
真比例 1	O
# 2	O
# 3	O
# 4	O
# 5	O
# 6	C
# 7	O
# 8	O
# 9	O
# 10	O
# 11	O
# 12	O
# 13	O
比例例 1	X
# 2	X

[0077]

[Table 3]

[illegible]

[0078] To the fluorine system lubricant of the former [ coefficient of friction / the still time amount when using for a video tape the lubricant used in the example of this invention, and ], it is, and it carries out, and is more than it, and it turns out that the equivalent video tape obtained by this invention shows the outstanding lubricity so that clearly [ from the result of the above-mentioned table 2, and / the lubricant of this invention may be meltable to a non-fluorine system solvent and ] from the result of Table 3.

[0079]

[Effect of the Invention] The video tape obtained by this invention so that clearly from the above result shows the outstanding lubricity, the lubricant of this to this invention has good lubricity, and it turns out that can slide between 2 solid-states which contact irrespective of a high speed, a low speed, a heavy load, and a low load by low friction and low wear, and environment-friendly lubricant can be obtained, and the magnetic-recording medium excellent in endurance will be obtained if the lubricant obtained by this invention is used.

[Translation done.]